

# ELECTROMAGNETIC WAVE-TRANSMITTING ARTICLE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

Publication number: JP2001181049

**Publication date:** 2001-07-03

**Inventor:** NISHIZONO KAZUHIRO; OU USOU

**Applicant:** KYOCERA CORP

### **Classification:**

**- international:** C04B35/581; H05H1/46; C04B35/581; H05H1/46;  
(IPC1-7): C04B35/581; H05H1/46

#### - European:

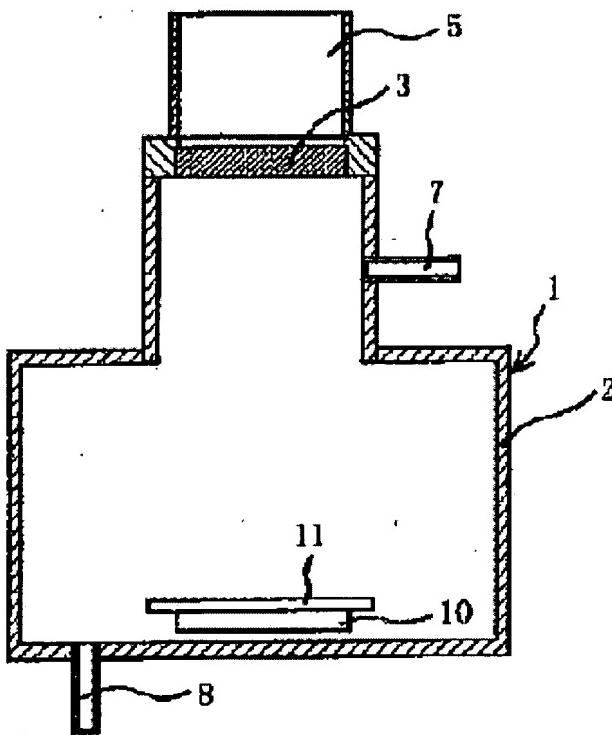
**Application number:** JP19990366874 19991224

**Priority number(s):** JP19990366874 19991224

**Report a data error here**

## Abstract of JP2001181049

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an electromagnetic wave-transmitting article which has a high strength and a low dielectric loss tangent and comprises an aluminum nitride-based sintered product that has an average aluminum nitride particle diameter of  $\leq 1 \mu\text{m}$ , a high density, a high strength and a low dielectric loss tangent. **SOLUTION:** This electromagnetic wave-transmitting article 3 is produced from an aluminum nitride-based sintered product in which the aluminum nitride particles have an average particle diameter of  $\leq 1 \mu\text{m}$  and which has a relative density of  $\geq 95\%$ , a flexural strength of  $\geq 500 \text{ MPa}$  and a dielectric loss tangent of  $\leq 3 \times 10^{-3}$  at 1 GHz.



Data supplied from the ***esp@cenet*** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-181049

(P2001-181049A)

(43)公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 4 B 35/581

H 0 5 H 1/46

識別記号

F I

テマコト<sup>\*</sup>(参考)

H 0 5 H 1/46

C 0 4 B 35/58

B 4 G 0 0 1

1 0 4 U

審査請求 未請求 請求項の数 5 OL (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平11-366874

(22)出願日

平成11年12月24日(1999.12.24)

(71)出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地

(72)発明者 西園 和博

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

(72)発明者 王 雨叢

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

Fターム(参考) 4G001 BA04 BA09 BA35 BA36 BA73

BA81 BB07 BB09 BB36 BC13

BC23 BC32 BC41 BC42 BC43

BC62 BC63 BD03 BD14 BD23

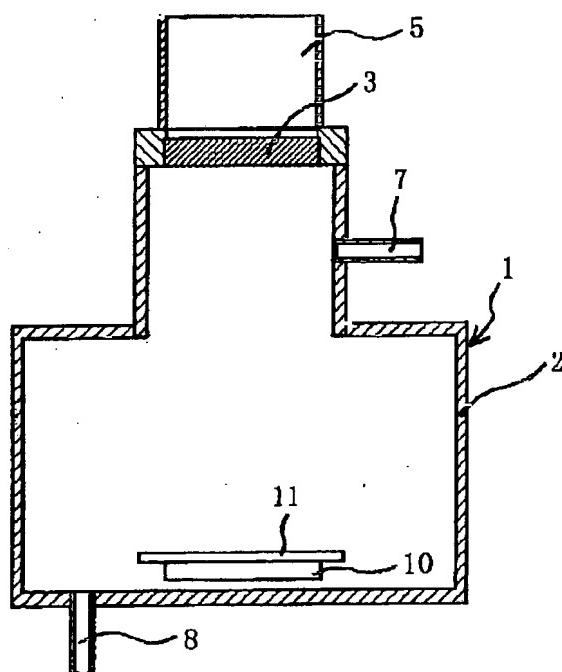
BD36 BE22

(54)【発明の名称】 電磁波透過体およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 硝化アルミニウム粒子の平均粒径が1μm以下、高密度、高強度で、かつ誘電正接の低い硝化アルミニウム質焼結体からなる高強度、低誘電正接の電磁波透過体を提供する。

【解決手段】 焼結体中の硝化アルミニウム粒子の平均粒径が1μm以下、相対密度が95%以上、曲げ強度が500MPa以上であり、かつ1GHzにおける誘電正接が3×10<sup>-3</sup>以下の硝化アルミニウム質焼結体を用いて電磁波透過体3を作製する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウム質焼結体からなり、該焼結体中の窒化アルミニウム粒子の平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、相対密度が95%以上、曲げ強度が500 MPa以上であり、かつ1 GHzにおける誘電正接が $3\times10^{-3}$ 以下であることを特徴とする電磁波透過体。

【請求項2】前記窒化アルミニウム質焼結体の熱伝導率が $100\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上であることを特徴とする請求項1記載の電磁波透過体。

【請求項3】平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム粒子を主成分とする成形体を作製した後、該成形体にマイクロ波を照射して前記窒化アルミニウム粒子の自己加熱によって焼成することを特徴とする電磁波透過体の製造方法。

【請求項4】前記成形体に照射するマイクロ波の周波数が $10\sim100\text{ GHz}$ であることを特徴とする請求項3記載の電磁波透過体の製造方法。

【請求項5】平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム原料に対して、焼結助剤を添加し、成形体を作製した後、該成形体周囲をガス不透過シール層を形成して、98 MPa以上の高圧ガス下で、 $1750^{\circ}\text{C}$ 以下の温度に加熱して焼成することを特徴とする電磁波透過体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は半導体製造装置部品、電磁波透過窓等に用いることができる電磁波透過体およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来技術】マイクロ波等の電磁波をガスに照射しプラズマを発生させて、エッチング等の加工や薄膜を形成する方法が、例えば半導体製造装置等に広く用いられている。かかる半導体製造装置においては、封止でき、かつマイクロ波を吸収または減衰させずに透過できる電磁波透過体が使用されている。この電磁波透過体としては、現在では主にアルミナセラミックスや低誘電正接の石英ガラスが用いられている。

【0003】これに対して、特開平2-26872号公報や特許第2862779号公報にはバッヂ炉による通常焼成やホットプレス焼成により作製された窒化アルミニウムからなる高周波透過用ウインドウや電磁波透過体が提案され、従来のアルミナセラミックスや石英ガラスからなる電磁波透過体より熱伝導率、耐熱衝撃性に優れ、溶融や破損等を生じない電磁波透過体となることが開示されている。

【0004】一方、特開平6-247772号公報では、平均粒径 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ の窒化アルミニウム原料を用いて成形体を作製し、これをカーボン型内に挿入して高周波誘導加熱炉内にセットし、発振周波数4 MHzにてカーボン型を加熱してその熱により前記成形体を加熱する

ことによって、平均粒径 $1.1\text{ }\mu\text{m}$ の窒化アルミニウム質焼結体を得ることが記載されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特開平2-26872や特許第2862779号公報のように通常焼成やホットプレス焼成によって窒化アルミニウム質焼結体を作製する方法では、焼結体を緻密化するためには焼成温度を $1800^{\circ}\text{C}$ 以上に上げる必要があるために焼成時の昇温や降温時に窒化アルミニウム粒子の粒成長が起こって焼結体の機械的特性を著しく低下させ、電磁波透過体として用いることができず、また、窒化アルミニウム粒子の粒径を小さくするために $1750^{\circ}\text{C}$ 以下にて低温焼成すると、焼結体を充分に緻密化させることができず、または多量の焼結助剤を添加する必要があるために誘電正接、熱伝導率、強度等が低下するという問題があった。

【0006】さらに、窒化アルミニウム質焼結体の誘電正接は、焼結体中の窒化アルミニウム粒子の粒径が大きく影響し、例えば半導体製造装置用のシャワープレートやウインドウ等の電磁波透過体に汎用に使用される $1\sim10\text{ GHz}$ 程度の周波数帯では、従来の粒径が大きい窒化アルミニウム質焼結体からなる電磁波透過体では誘電損失が高く、マイクロ波透過特性が劣化するという問題があった。さらに、ホットプレス焼成では複雑な形状の焼結体を作製することができない等の問題があった。

【0007】また、特開平6-247772号公報の高周波誘導加熱炉を用いた方法でも、焼成温度を $1800^{\circ}\text{C}$ 以上と高める必要があり、焼結体の平均粒径を $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることができなかった。

【0008】従って、本発明は、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、高密度、高強度で、かつ誘電正接を低減した窒化アルミニウム質焼結体を作製して、高強度、低誘電正接の窒化アルミニウム質焼結体からなる電磁波透過体を得ることを目的とする。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題について検討した結果、焼結体中の窒化アルミニウム粒子の平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下であって、かつ強度が高く特定の周波数帯での誘電正接が低い窒化アルミニウム質焼結体が、電磁波透過体としての優れた特性を有すること、また、この窒化アルミニウム質焼結体は、粒径の小さい窒化アルミニウム原料粒子を含有する成形体を用いて、これにマイクロ波を照射して窒化アルミニウム粒子の自己加熱によって $1750^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で焼成するか、または前記成形体をガス不透過シール層にて被覆した状態で、特定圧力以上の高圧ガス下 $1750^{\circ}\text{C}$ 以下の温度にて焼成することによって充分に緻密化した焼結体を作製できることを見いだした。

【0010】即ち、本発明の電磁波透過体は、窒化アルミニウム質焼結体からなり、該焼結体中の窒化アルミニ

ウム粒子の平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、相対密度が95%以上、曲げ強度が500 MPa以上であり、かつ1 GHzにおける誘電正接が $3\times 10^{-3}$ 以下であることを特徴とするものであり、特に前記窒化アルミニウム質焼結体の熱伝導率が $100\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上であることが望ましい。

【0011】また、本発明の電磁波透過体の製造方法は、平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム粒子を主成分とする成形体を作製した後、該成形体に、特に周波数が $10\sim 100\text{ GHz}$ のマイクロ波を照射して前記窒化アルミニウム粒子の自己加熱によって焼成することを特徴とするものである。

【0012】また、本発明の電磁波透過体の他の製造方法は、平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム原料に対して、焼結助剤を添加し、成形体を作製した後、該成形体周囲をガス不透過シール層を形成して、 $98\text{ MPa}$ 以上の高圧ガス下で、 $1750^\circ\text{C}$ 以下の温度に加熱して焼成することを特徴とするものである。

### 【0013】

【発明の実施の形態】本発明の電磁波透過体の一実施例である窓部材を備えた半導体製造装置の一例についての模式図を図1に示す。図1の半導体製造装置1は、チャンバ2の壁面の一部またはチャンバ2の内部に電磁波透過体3が配設されており、また、電磁波透過体3と近接して配設された導波管5から電磁波透過体3を介してチャンバ2内にマイクロ波、特に $1\sim 10\text{ GHz}$ 帯のマイクロ波が照射される。

【0014】また、チャンバ2内部はチャンバ2と電磁波透過体3とによって封止されており、かつチャンバ2にはガス供給口7およびガス排出口8が形成されてチャンバ2内にガスを導入される。そして、該ガスに前記マイクロ波を照射してプラズマを発生するとともに、該プラズマをチャンバ2内の所定の位置に支持体10上に支持されたウエハ11表面から照射してウエハ11表面にプラズマを接触させることによってウエハ11の所定部分をエッチングまたは成膜する。

【0015】本発明によれば、電磁波透過体3が、平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に $0.9\text{ }\mu\text{m}$ 以下、さらに $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム粒子を主成分とし、相対密度が95%以上、曲げ強度が500 MPa以上であり、かつ1 GHzにおける誘電正接が $3\times 10^{-3}$ 以下である窒化アルミニウム質焼結体からなることが大きな特徴であり、これによって構造部材として強度が高く、気密性に優れ、かつ高周波、特に $1\sim 10\text{ GHz}$ 、さらに $1\sim 2.5\text{ GHz}$ の周波数帯の高周波を低損失で透過させることができる。

【0016】また、窒化アルミニウム粒子内の酸素量は、高熱伝導化の上で2重量%以下、望ましくは1重量%以下、特に0.8重量%以下であることが望ましい。

【0017】また、前記焼結体の粒界には緻密化を促進

するため、および機械的強度向上のために少量の粒界相が存在してもよく、例えば、一般化学式が $\text{Al}_5\text{RE}_3\text{O}_{12}$ 、 $\text{Al}_2\text{RE}_4\text{O}_9$ 、 $\text{Al}_1\text{REO}_3$  (RE: 希土類元素) で表される希土類酸化物とアルミナとの複合酸化物である、いわゆるYAG型結晶相、YAM型結晶相、YAP型結晶相や、 $\text{RA}_{12}\text{O}_4$ 、 $\text{RA}_{14}\text{O}_7$  (R: アルカリ土類金属元素) で表されるアルカリ土類金属酸化物とアルミナ系結晶相等が望ましい。さらに、焼結体中には少なくともSi、Al、酸素を含有する非結晶相が存在していてもよいが、熱伝導率や誘電正接の点で前記非結晶相は存在しないか、または微量のみ存在することが望ましい。

【0018】上記態様の窒化アルミニウム質焼結体は、平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に $0.9\text{ }\mu\text{m}$ 以下、さらに $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 以下で、かつ相対密度が95%以上、特に97%以上、さらに99%以上であることから、焼結体の曲げ強度が500 MPa以上、特に、 $550\text{ MPa}$ 以上であり、かつ1 GHzにおける誘電正接が $3\times 10^{-3}$ 以下、特に $2.0\times 10^{-3}$ 以下、さらに $1.0\times 10^{-3}$ 以下となる。また、望ましくは、空洞共振器法に基づく $2.5\text{ GHz}$ における誘電正接が $3\times 10^{-3}$ 以下、さらに望ましくは、 $1\sim 10\text{ GHz}$ における誘電正接が $3\times 10^{-3}$ 以下であることが望ましい。

【0019】すなわち、窒化アルミニウム質焼結体の誘電正接については、相対密度99%、平均粒径 $1.5\text{ }\mu\text{m}$ の窒化アルミニウム質焼結体に照射する周波数と誘電正接との関係を示した図2からわかるように、周波数に対して特異的な変化を示し、特定周波数にて誘電正接の極大値を有するものである。また、該極大値と窒化アルミニウム粒子の粒径との関係を示す図3から明らかのように窒化アルミニウム質焼結体の誘電正接は窒化アルミニウム粒子の粒径と大きな相関があるものである。従って、 $1\text{ GHz}$ 、特に $1\sim 10\text{ GHz}$ における誘電正接を小さくするためには焼結体の相対密度を95%以上するとともに、窒化アルミニウム質焼結体中の窒化アルミニウム粒子の平均粒径を $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることが重要である。

【0020】また、マイクロ波照射により発生した熱を効率よく放熱するために電磁波透過体3の熱伝導率は $100\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上であることが望ましく、さらに、チャンバ2の気密性を高めるために電磁波透過体3の相対密度は95%以上であることが望ましい。

【0021】次に、本発明の電磁波透過体の製造方法について説明する。まず、直接窒化法、還元窒化法およびCVD法等公知の方法で作製された純度98%以上、特に99%以上、平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以下の窒化アルミニウム原料粒子を準備する。ここで、窒化アルミニウム原料粒径の平均粒径が $0.5\text{ }\mu\text{m}$ を越えると、焼結体中の窒化アルミニウム粒子の粒径を $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下とすることができないとともに、後述のマイ

クロ波照射による加熱時にマイクロ波吸収の効率が悪くなり効率的な加熱ができず、また焼結に必要な駆動力が低下して低温短時間で焼結体を相対密度95%以上に緻密化させることができない。さらに、これを緻密化させるためには高温で焼成しなければならず焼結後の粒径が大きくなり強度や電気的特性が悪くなるためである。

【0022】なお、焼結体の熱伝導率を高めるために窒化アルミニウム原料粒子の酸素含有量は2重量%以下、特に1重量%以下、さらに0.8重量%以下であることが望ましい。

【0023】この原料粒子に対して、所望により、例えば、Ca、Sr、Ba等のアルカリ土類金属やY、La、Ce、Yb等の希土類金属、またはB(ホウ素)等から選ばれる少なくとも1種の酸化物、窒化物、炭化物、炭酸塩、硝酸塩等を総量が酸化物換算量で10重量%以下、望ましくは5重量%以下、特に3重量%以下、さらに1重量%以下となるように添加する。

【0024】そして、これに有機バインダ、溶媒等を添加、混合して鋳込成形、プレス成形、押出成形、ロール成形等公知の成形法によって成形する。また、場合によっては成形体の密度を高めるために該成形体に対して冷間静水圧プレス成形を施してもよい。

【0025】次に、得られた成形体を焼成する。本発明では2つの焼成方法を採用することができ、その1つであるマイクロ波を用いた焼成方法について説明する。まず、マイクロ波加熱炉中に成形体を設置した後、炉内を真空雰囲気または不活性雰囲気、望ましくは窒素雰囲気とする。そして、炉内の前記成形体に直接300MHz～300GHz、特に窒化アルミニウム原料粒子を効率的に加熱するため、100～1000GHz、特に20～50GHzの周波数のマイクロ波を照射することにより、成形体中の窒化アルミニウム原料粒子が誘電損失によって自己発熱し、この熱によって前記成形体を加熱することができる。

【0026】なお、用いる周波数は図2、3から明らかなように成形体の平均粒径に対して誘電正接が極大値±10%となる周波数であることが最適である。

【0027】焼成条件としては、成形体の温度が1400～1750°C、特に1600～1700°C、焼成時間が5分～3時間、特に5分～30分にて焼成することが望ましい。

【0028】上記マイクロ波加熱による焼成では、通常炉(電気抵抗炉)よりもマイクロ波の非熱的効果のために低温、短時間で焼成できるとともに、昇温、降温時間を大幅に短縮できるため、焼結による窒化アルミニウム粒子の粒成長が抑制され、焼結体中の窒化アルミニウム粒子の平均粒径を1μm以下に制御することができる。また、複雑な形状の焼結体を作製することも可能である。

【0029】次に、本発明の他の焼成方法について説明

する。まず、前記成形体の表面に窒化ホウ素等の離型材を被覆した後、ガスを透過しない、タングステン、モリブデン、チタン等の高融点金属またはシリカガラス等のガラスを主成分とするシール層を被覆し、カーボン等からなるるつぼ内に入れて、熱間静水圧プレス(HIP)装置内に設置して、98MPa以上の高圧ガス下で、1750°C以下に加熱することによって焼成することができる。この方法によれば、成形体を直接加圧、加熱処理できることから、従来のホットプレス法のように一旦成形体を焼成してある程度緻密化させてから加圧、加熱する必要がないために1750°C以下の焼成温度で焼結体を緻密化に低下させることができるとともに、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が1μm以下の焼結体を作製することができる。望ましい焼成条件としては、焼成温度1700°C以下、さらに1650°C以下、焼成時間0.5～5時間、さらに0.5～1時間である。

【0030】上記方法によって得られた焼結体に対して、所望により研磨等を行って望ましくは、表面粗さ(R<sub>max</sub>)が1μm以下の電磁波透過体を作製することができ、この焼結体の外周側面にNi等のメッキを施し、Cu、SUS等の金属からなる導波管またはチャンバーとロウ材等によって接続することができる。

【0031】なお、上記マイクロ波焼成を施した後、熱間静水圧プレス(HIP)処理またはガス不透過シール材を被覆して熱間静水圧プレス(HIP)処理を施し、焼結体さらなる緻密化を図ることもできるが、この場合においても焼結体中の窒化アルミニウム粒子の平均粒径は1μm以下とすべきである。

【0032】

【実施例】(実施例1) 直接窒化法にて作製した純度99%、酸素量0.99重量%で表1に示す平均粒径を有する窒化アルミニウム原料粒子に焼結助剤としてY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を3重量%、CaCO<sub>3</sub>を酸化物換算量で1重量%添加し、プレス成形によって直径100mm、厚さ10mmの成形体を作製し、これに2000MPaにて冷間静水圧プレス(CIP)成形を施して成形体の密度を50%以上とした。

【0033】この成形体をマイクロ波焼成炉中に設置し、窒素雰囲気中、周波数28GHzのマイクロ波を30分照射して試料を加熱した。この際、試料の表面からの放熱を極力抑えて試料を効率よく加熱するために試料周囲に多孔質のアルミナファイバーより作製した断熱材を設置した。また、成形体表面に熱電対を接触させて試料の温度を測定し、表1に示した。

【0034】得られた焼結体に対して、アルキメデス法により焼結体の密度を測定し、理論密度に対する比である相対密度を算出した。また、試料の研磨面についてSEM観察を行いインターセプト法により窒化アルミニウム粒子の平均粒径を算出した。

【0035】また、焼結体を4×3×40mmの大きさ

に加工し J I S R 1 6 0 1 の規格に従い 4 点曲げ強度を測定した。さらに、焼結体を  $\phi 60 \times 1$  mm の大きさに加工して電流電圧法より 1 GHz における誘電正接を算出した。さらに、レーザーフラッシュ法により厚さ 1 mm の試料を用いて熱伝導率を測定した。結果は表 1 に示した(試料 No. 1~7)。

【0036】(実施例 2) 表 1 に示す窒化アルミニウム原料粒子を含有する実施例 1 の成形体に対して、該成形体表面に窒化ホウ素からなるシール材を被覆し、カーボン型中に載置してシリカガラスを充填した後、窒素ガス 150 MPa、1650°C、0.5 時間で焼成する以外は実施例 1 と全く同様にして焼結体を作製し、評価した。結果は表 1 に示した(試料 No. 8~11)。

【0037】(比較例 1) 表 1 に示す窒化アルミニウム

原料粒子を含有する実施例 1 の成形体を抵抗加熱炉内に載置して昇温速度 10°C/min で、表 1 に示す焼成温度、時間にて焼成した後、降温速度 5°C/min にて冷却して焼結体を作製する以外は実施例と同様に作製し、評価した。結果は表 1 に示した。

【0038】(比較例 2) 平均粒径 0.1 μm の窒化アルミニウム原料粒子を含有する実施例 1 の成形体をホットプレス炉内に載置し、表 1 に示す焼成温度、時間にて焼成した後、降温速度 5°C/min にて冷却して焼結体を作製する以外は実施例と同様に作製し、評価した。結果は表 1 に示した。

【0039】

【表 1】

試料 No.	原料 粒径 (μm)	焼成			平均 粒径 (μm)	相対 密度 (%)	曲げ 強度 (MPa)	誘電正接	熱伝導 率 (W/m·K)
		方法	温度 (°C)	時間 (h)					
1	0.1	マイクロ波	1643	0.5	0.4	99.0	642	$9.0 \times 10^{-4}$	139
2	0.3	マイクロ波	1651	0.5	0.5	100	650	$9.8 \times 10^{-4}$	143
3	0.4	マイクロ波	1642	0.5	0.7	88.3	592	$2.1 \times 10^{-3}$	146
4	0.5	マイクロ波	1634	0.5	0.9	96.2	545	$2.9 \times 10^{-3}$	154
* 5	0.6	マイクロ波	1628	0.5	1.3	93.3	483	$5.2 \times 10^{-3}$	124
6	0.3	マイクロ波	1652	0.2	0.4	98.2	532	$9.2 \times 10^{-4}$	142
7	0.3	マイクロ波	1654	1.0	0.7	100	598	$1.9 \times 10^{-3}$	152
8	0.1	シールHIP	1650	0.5	0.5	98.3	634	$1.2 \times 10^{-3}$	134
9	0.4	シールHIP	1650	0.5	0.8	97.8	572	$2.4 \times 10^{-3}$	145
10	0.5	シールHIP	1650	0.5	1	97	521	$2.9 \times 10^{-3}$	152
* 11	0.6	シールHIP	1650	0.5	1.2	93.1	487	$8.2 \times 10^{-3}$	123
* 12	0.1	抵抗加熱炉	1650	0.5	0.9	80.3	313	$9.2 \times 10^{-2}$	91
* 13	0.1	抵抗加熱炉	1780	2	8.9	96.7	412	$8.2 \times 10^{-2}$	102
* 14	0.1	ホットプレス	1780	2	5.2	99.8	390	$9.3 \times 10^{-2}$	156

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0040】表 1 の結果から明らかなように、平均粒径が 0.5 μm 以下の窒化アルミニウム原料粒子を用い、1750°C 以下の焼成温度でマイクロ波およびシール HIP 法により焼成を行った試料 No. 1~4、6~10 の試料では、焼結体の相対密度が 95% 以上、かつ平均粒径が 1 μm 以下の焼結体であり、曲げ強度 500 MPa 以上、1 GHz における誘電正接も  $3 \times 10^{-3}$  以下の優れた特性を有するものであった。

【0041】これに対して、窒化アルミニウム原料粒子の平均粒径が 0.5 μm を超える試料 No. 5、11 では、焼結後の平均結晶粒径が 1 μm を超え、強度は 500 MPa より低く、誘電正接も  $3 \times 10^{-3}$  を超えるものとなった。

【0042】なお、従来の抵抗加熱炉によって 1650°C で焼成を行った試料 No. 11 は、焼結体を緻密化させることができず、1780°C で 2 時間焼成した No. 12 および 1760°C でホットプレス焼成した試料 No. 13 では、焼結体の窒化アルミニウムの平均粒径が 1 μm を越え、曲げ強度は 500 MPa より低く、誘電正接も高いものであった。

【0043】(実施例 3) 実施例 1 の試料 No. 1 と試料と No. 5 に対して外周側面に Ni めっきを 5 μm 施

し、これを窓部材として Cu 製の導波管内に Ag ロウ材によりロウ付けし、2.45 GHz の周波数のマイクロ波を照射してマイクロ波の透過性および窓部材の耐久性を評価した。マイクロ波の出力を徐々に上げていったところ試料 No. 1 はマイクロ波の透過も良好であり、発熱量が小さく良好な特性を示したが、試料 No. 5 では、マイクロ波の透過が悪く、かつ発熱して破損に至った。

【0044】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明の電磁波透過体によれば、粒径の小さい窒化アルミニウム原料粒子を含有する成形体に対して、マイクロ波を照射して窒化アルミニウム粒子の自己加熱によって 1750°C 以下の温度で焼成するか、または前記成形体をガス不透過シール層にて被覆した状態で、特定圧力以上の高圧ガス下 1750°C 以下の温度にて焼成することによって、高密度で窒化アルミニウム粒子の平均粒径が 1 μm 以下、かつ強度が高く特定の周波数帯での誘電正接が低い窒化アルミニウム質焼結体を作製でき、電磁波透過体用としての優れた特性を有するものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の電磁波透過体の一実施例である窓部材

を備えた半導体製造装置の一例を示す模式図である。

【図2】窒化アルミニウム質焼結体に照射するマイクロ波の周波数に対する焼結体の誘電正接の変化の一例を示す図である。

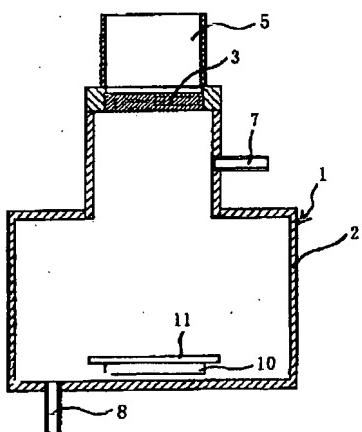
【図3】窒化アルミニウム質焼結体の平均粒径と図2の誘電正接が極大となる周波数との関係を示す図である。

【符号の説明】

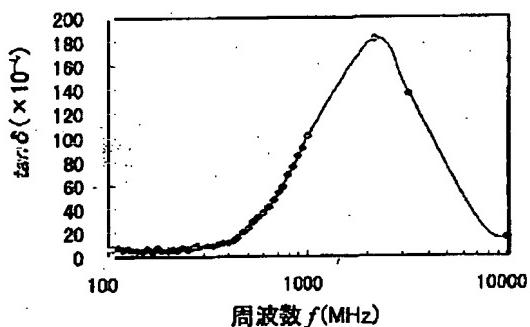
1 半導体製造装置

- |    |        |
|----|--------|
| 2  | チャンバ   |
| 3  | 電磁波透過体 |
| 5  | 導波管    |
| 7  | ガス導入口  |
| 8  | ガス排出口  |
| 10 | 支持体    |
| 11 | ウエハ    |

【図1】



【図2】



【図3】

